

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-187800

(43)Date of publication of application : 05.07.2002

---

(51)Int.Cl.

C30B 29/38  
H01L 21/205  
H01L 33/00

---

(21)Application number : 2001-266804

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 04.09.2001

(72)Inventor : SHIBATA TOMOHIKO  
NAKAMURA YUKINORI  
TANAKA MITSUHIRO

---

(30)Priority

Priority number : 2000313070    Priority date : 13.10.2000    Priority country : JP

---

(54) GROUP III NITRIDE EPITAXIAL SUBSTRATE AND UTILIZING METHOD THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent oxidation of a base film and to provide a utilizing method of an epitaxial substrate to which the oxidation preventing effect is given, in the epitaxial substrate provided with the Al-containing group III nitride base film.

SOLUTION: The group III nitride epitaxial substrate is provided with a base material composed of a single crystal material such as sapphire or SiC, the group III nitride base film formed by epitaxial growth on the base material and containing at least Al, and a GaN film formed on the group III nitride base film and having preferably  $\geq 50$   $\mu\text{m}$  thickness. The formation of a group III nitride base film on the base material is performed continuously after an oxidized surface layer part is removed by etching.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-187800

(P2002-187800A)

(43) 公開日 平成14年7月5日(2002.7.5)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>*</sup> (参考)
C 3 0 B 29/38		C 3 0 B 29/38	D 4 G 0 7 7
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	5 F 0 4 1
33/00		33/00	C 5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-266804(P2001-266804)  
(22) 出願日 平成13年9月4日(2001.9.4)  
(31) 優先権主張番号 特願2000-313070(P2000-313070)  
(32) 優先日 平成12年10月13日(2000.10.13)  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004064  
日本碍子株式会社  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
(72) 発明者 柴田 智彦  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 J  
本碍子株式会社内  
(72) 発明者 中村 幸則  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 J  
本碍子株式会社内  
(74) 代理人 100072051  
弁理士 杉村 興作 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 I I I 族窒化物エピタキシャル基板及びその使用方法

(57) 【要約】

【課題】 A I 含有III族窒化物下地膜を具えるエピタキシャル基板において、前記下地膜の酸化を防止するとともに、このようにして酸化防止効果が付与されたエピタキシャル基板の使用方法を提供する。

【解決手段】 サファイア・S i Cなどの単結晶材料からなる基材と、この基材上にエピタキシャル成長により形成された少なくともA Iを含むIII族窒化物下地膜と、このIII族窒化物下地膜上に形成された、好ましくは50 Å以上の厚さを有するG a N膜とを具えたIII族窒化物エピタキシャル基板である。また、このIII族窒化物エピタキシャル基板上に、III族窒化物膜を形成する際においては、前記G a N膜の酸化した表面層部分をエッチング除去した後に、連続して実施する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】単結晶材料からなる基材と、この基材上にエピタキシャル成長により形成された少なくともA1を含むIII族窒化物下地膜と、このIII族窒化物下地膜上に形成された $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜( $a+b=1$ )とを具えることを特徴とする、III族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項2】前記 $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜は、50Å以上の厚さを有することを特徴とする、請求項1に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項3】 $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜はGaN膜であることを特徴とする、請求項1又は2に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項4】前記III族窒化物下地膜は、A1を50原子%以上含有することを特徴とする、請求項1～3のいずれか一に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項5】前記III族窒化物下地膜は、 $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ ( $x+y+z=1$ ,  $x\geq 0.7$ )なる組成を有することを特徴とする、請求項4に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項6】前記III族窒化物下地膜は、AlNなる組成を有することを特徴とする、請求項5に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項7】前記基材は、サファイア・SiC単結晶からなることを特徴とする、請求項1～6のいずれか一に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項8】前記基材はサファイア単結晶からなり、このサファイア単結晶基板の、前記III族窒化物下地膜を形成すべき主面が窒化処理されてなることを特徴とする、請求項1～6のいずれか一に記載のIII族窒化物エピタキシャル基板。

【請求項9】単結晶材料からなる基材と、この基材上にエピタキシャル成長により形成された、少なくともA1を50原子%以上含むIII族窒化物下地膜と、このIII族窒化物膜上に形成された $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜( $a+b=1$ )とを具えるIII族窒化物エピタキシャル基板の使用する方法であって、前記 $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜( $a+b=1$ )の少なくとも表面酸化層部分をエッチング除去した後に、このエッチング除去工程と連続させて、III族窒化物膜を形成することを特徴とする、III族窒化物エピタキシャル基板の使用する方法。

【請求項10】前記 $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜( $a+b=1$ )のエッチング除去は、水素ガス及びアンモニアガスの少なくとも一方を用いることを特徴とする、請求項9に記載のIII族窒化物膜の使用する方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、III族窒化物エピタキシャル基板及びその使用方法に関し、詳しくは、発光ダイオード素子又は高速ICチップなどを構成する半導体素子の基板として好適に用いることのできる、III

族窒化物エピタキシャル基板及びその使用方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】III族窒化物膜は、発光ダイオード素子などを構成する半導体膜として用いられており、近年においては、携帯電話などに用いられる高速ICチップなどを構成する半導体膜としても注目を浴びている。また、特にA1を含むIII族窒化物膜は、フィールドエミッタへの応用材料として注目されている。

【0003】このようなIII族窒化物膜を形成する基板として、所定の基材上にエピタキシャル成長により形成した下地膜を具える、いわゆるエピタキシャル基板がある。前記下地膜は、前記III族窒化物膜のエピタキシャル成長を容易にすべく、A1含有III族窒化物から構成することが好ましい。また、A1含有窒化物は大きなバンドギャップを有するため、このようなバンドギャップの大きな材料からなる層を前記III族窒化物膜と前記基板との間に挿入することにより、半導体素子の効率を向上させることもできる。

【0004】そして、上記エピタキシャル基板を反応管内に設けられたサセプタ上に設置した後、前記サセプタ内外の加熱機構によって所定の温度に加熱する。次いで、III族金属供給原料及び窒素供給原料、並びに必要なに応じて他の元素の供給原料をキャリアガスとともに前記反応管内に導入するとともに、前記エピタキシャル基板上に供給し、MOCVD法にしたがってIII族窒化物膜を形成する。

## 【0005】

【発明解決しようとする課題】しかしながら、エピタキシャル基板の製造と、上記MOCVD法にしたがったIII族窒化物膜の製造とは、両者の製造条件が異なることなどに起因して、それぞれ異なる成膜装置を用いて行われる。したがって、製造されたエピタキシャル基板は、前記III族窒化物膜の製造に際して大気中に晒されることになる。また、エピタキシャル基板の評価の際に、表面に欠陥などが発生してしまうという問題もある。

【0006】すると、エピタキシャル基板表面のA1含有III族窒化物下地膜が酸化され、あるいは欠陥を有するようになり、前記III族窒化物膜のエピタキシャル成長に悪影響を及ぼして、良好な結晶品質を有するものを得ることできない場合があった。

【0007】そこで、前記A1含有III族窒化物下地膜を比較的厚く形成した後、酸化した表面層部分をエッチングにより除去することが試みられた。しかしながら、前記III族窒化物膜の製造の際に用いる水素ガスやアンモニアガスでは、前記酸化層を除去することができず、別のエッチング除去装置が必要とされた。その結果、III族窒化物膜の製造工程全体が複雑となり、操作性が劣化するとともに、歩留まりが低下してしまうという問題があった。

【0008】本発明は、Al含有III族窒化物下地膜を具えるエピタキシャル基板において、前記下地膜の酸化を防止するとともに、このようにして酸化防止効果が付与されたエピタキシャル基板の使用法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく、本発明は、単結晶材料からなる基材と、この基材上にエピタキシャル成長により形成された少なくともAlを含むIII族窒化物下地膜と、このIII族窒化物下地膜上に形成された $In_aGa_bN$ 膜 ( $a+b=1$ ) とを具えることを特徴とする、III族窒化物エピタキシャル基板に関する。

【0010】また、本発明は、単結晶材料からなる基材と、この基材上にエピタキシャル成長により形成された、少なくともAlを50原子%以上含むIII族窒化物下地膜と、このIII族窒化物膜上に形成された $In_aGa_bN$ 膜 ( $a+b=1$ ) とを具えるIII族窒化物エピタキシャル基板の使用法であって、前記 $In_aGa_bN$ 膜の少なくとも表面酸化層部分をエッチング除去した後、このエッチング除去工程と連続させて、III族窒化物膜を形成することを特徴とする、III族窒化物エピタキシャル基板の使用法に関する。

【0011】本発明者らは、エピタキシャル基板のAl含有III族窒化物下地膜の酸化を防止すべく鋭意検討を行った。その結果、前記Al含有III族窒化物下地膜上に保護膜を形成することを想到した。しかしながら、この保護膜には、前記III族窒化物膜のエピタキシャル成長を阻害しないこと、及び前記保護膜の酸化した表面部分の除去を容易に行うことができることなどの条件が要求されるため、エピタキシャル基板の保護膜として最適な材料組成を見出すには困難を極めた。

【0012】そこで、本発明者らは、前記保護膜として適切な材料組成を見出すべく、膨大な材料探索を実施した。その結果、前記保護膜を $In_aGa_bN$ 膜 ( $a+b=1$ ) から構成することにより、前記窒化物膜のエピタキシャル成長を阻害することなく、後の工程においてその酸化した表面部分を容易に除去できることを見出した。すなわち、前記 $In_aGa_bN$ 膜の表面酸化層は、III族窒化物膜の製造工程において用いられる水素ガスやアンモニアガスなどによって、容易にエッチング除去できることを見出した。

【0013】また、前記 $In_aGa_bN$ 膜は、上述した内容から明らかなように、保護膜としての性質と、後に形成するIII族窒化物膜に対する下地膜としての性質とを有する。このため、前記 $In_aGa_bN$ 膜の製造条件は、前記Al含有III族窒化物下地膜の製造条件と類似したものになる。このため、両者は同じ成膜装置を用いて形成することができ、エピタキシャル基板の製造工程が複雑になることがない。

【0014】本発明者らは、以上のような膨大な研究探索の結果、前記 $In_aGa_bN$ 膜が前記Al含有III族窒化物下地膜に対する保護膜として極めて適していることを見出し、本発明のエピタキシャル基板及びエピタキシャル基板の使用法を見出すに至ったものである。

【0015】なお、III族窒化物下地膜は、必要に応じて単層膜、多層膜、又は組成が厚さ方向に変化してなる組成勾配膜などの形態を採ることができる。したがって、前記III族窒化物下地膜におけるAl含有量は、この膜の全体における含有量を意味するものである。

【0016】また、 $In_aGa_bN$ 膜においても、これらIn、Ga及び窒素とのみで完全に構成されているのではなく、成膜条件等に依存して必然的に含まれる、あるいは原料や反応管材質などに含まれる微量のH、O、C、Al、Si、Ge、Mg、Zn及びBeなどの不純物を不可避免的に含有している場合をも含むものである。

【0017】さらに、本発明のエピタキシャル基板の使用法においては、前記 $In_aGa_bN$ 膜の表面酸化層部分のみでなく、必要に応じてそれ以上の部分、好ましくは、エッチング操作を簡易化するために、前記 $In_aGa_bN$ 膜の全体を除去することもできる。このように下地層の表層部分を除去しても何ら問題を生じることはない。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明を、発明の実施の形態に基づいて詳細に説明する。本発明のエピタキシャル基板は、Al含有III族窒化物下地膜上に、 $In_aGa_bN$ 膜 ( $a+b=1$ ) を有することが必要である。この $In_aGa_bN$ 膜は、上述したように、Al含有III族窒化物下地膜の製造条件と類似の条件によって、同じ成膜装置で形成することができる。例えば、Ga供給原料としてトリメチルガリウムを用い、窒素供給原料としてアンモニアガスを用いて、前記エピタキシャル基板を構成する基材を1050℃に加熱することによって得ることができる。

【0019】また、前記 $In_aGa_bN$ 膜の厚さは特に限定されないが、50Å以上であることが好ましく、さらには100Å以上であることが好ましい。本発明者らが、前記 $In_aGa_bN$ 膜の酸化メカニズムを詳細に検討したところ、前記 $In_aGa_bN$ 膜の酸化は最大で表面から約50Åの深さまで達することが判明した。したがって、前記 $In_aGa_bN$ 膜を上記のような厚さに設定しておくことにより、前記Al含有III族窒化物下地膜の酸化をほぼ完全に抑制することができる。

【0020】また、前記 $In_aGa_bN$ 膜の厚さの上限については特に限定されるものではないが、約1μm以下であることが好ましい。前記 $In_aGa_bN$ 膜がこの値を超えて厚く形成されても、本発明のエピタキシャル基板に対して何ら新たな効果を付与するものではなく、

さらに膜応力の増大によるクラックの発生及び剥離の問題を生じる場合がある。

【0021】なお、上記  $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$  膜は  $\text{GaN}$  膜であることが好ましい。これによって、 $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜に対する保護層としての効果がより向上する。

【0022】本発明のエピタキシャル基板における III 族窒化物下地膜は、少なくとも  $\text{Al}$  を含有することが必要であり、好ましくは  $\text{Al}$  を 50 原子%以上含有する。上述したような下地膜酸化の影響は、この下地膜が  $\text{Al}$  を含有することによって生じるものであるが、 $\text{Al}$  の含有量が 50 原子%以上になると、下地膜酸化の影響がより顕著になる。

【0023】なお、前記  $\text{Al}$  含有窒化物下地膜の厚さは、本発明のエピタキシャル基板上に形成すべき、III 族窒化物膜の種類や得ようとする結晶品質の程度に依存して形成されるが、 $0.5\mu\text{m}$  以上であることが好ましく、さらには  $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$  であることが好ましい。形成すべき前記 III 族窒化物膜の結晶品質を向上させるに際しては、前記  $\text{Al}$  含有窒化物下地膜を厚く形成することが好ましいが、 $3\mu\text{m}$  を超えて厚くすると、クラックが発生したり、剥離が生じたりする場合がある。

【0024】したがって、このような組成の III 族窒化物下地膜を有するエピタキシャル基板に本発明を適用することにより、本発明の効果を顕著に発現することができる。

【0025】また、このエピタキシャル基板上に形成すべき、発光ダイオード素子などに用いられる半導体膜は、 $\text{Al}_d\text{Ga}_e\text{In}_f\text{N}(d+e+f=1)$  なる組成を有する。したがって、このような成分の III 族窒化物膜を形成する場合においては、前記 III 族窒化物下地膜は  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}(x+y+z=1, x\geq 0.5)$  なる組成を有することが好ましい。これによって、前記 III 族窒化物膜のエピタキシャル成長がより助長され、結晶品質に優れた膜を得ることができる。

【0026】また、このような組成を中心として、 $\text{B}$ 、 $\text{Si}$ 、 $\text{Ge}$ 、 $\text{Zn}$ 、 $\text{Be}$  及び  $\text{Mg}$  などの添加元素を含有することもできる。さらに、意識的に添加した元素に限らず、成膜条件などに依存して必然的に取り込まれる微量元素、並びに原料、反応管材質に含まれる微量不純物を含むこともできる。

【0027】そして、前述したように、本発明の効果は  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜が  $\text{Al}$  を比較的多く含有した場合に、顕著に発現されることから、前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜は  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}(x+y+z=1, x\geq 0.7)$  なる組成を有することが好ましく、さらには  $\text{AlN}$  なる組成を有することが好ましい。

【0028】また、本発明のエピタキシャル基板を構成する基材の種類についても特に限定されるものではないが、サファイア単結晶、 $\text{ZnO}$  単結晶、 $\text{LiAlO}_2$  単

結晶、 $\text{LiGaO}_2$  単結晶、 $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  単結晶、 $\text{MgO}$  単結晶などの酸化物単結晶、 $\text{Si}$  単結晶、 $\text{SiC}$  単結晶などの IV 族あるいは IV-IV 族単結晶、 $\text{GaAs}$  単結晶、 $\text{AlN}$  単結晶、 $\text{GaN}$  単結晶、及び  $\text{AlGaN}$  単結晶などの III-V 族単結晶、 $\text{ZrB}_2$  などのホウ化物単結晶などの公知の基板材料から構成することができる。

【0029】特に、 $\text{Al}$  を比較的多く含んだ III 族窒化物下地膜との物理的な相性が良く、前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜に対して優れた密着性及びエピタキシャル成長性などを付与できることから、サファイア・ $\text{SiC}$  単結晶基板であることが好ましい。

【0030】サファイア基板を用いる場合は、前記サファイア基板の、前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜を形成すべき主面に対して窒化処理を施すことが好ましい。この窒化処理によって、前記主面には表面窒化層が形成されるが、このような表面窒化層上に前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜を形成することにより、その結晶品質を向上させることができる。したがって、本発明のエピタキシャル基板上に形成すべき、例えば  $\text{Al}_d\text{Ga}_e\text{In}_f\text{N}(d+e+f=1)$  なる組成を有する III 族窒化物膜の結晶品質をも向上させることができる。

【0031】さらに、上述した表面窒化層上に前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜を形成することにより、その厚さを大きくしても剥離やクラックが発生しにくくなる。このため、成膜条件などに依存することなく、例えば上述したような  $3\mu\text{m}$  程度まで簡易に厚く形成することができる。したがって、前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜の、表面窒化層に起因した結晶品質の向上と、厚さ増大による結晶品質の向上との相乗効果によって、前記  $\text{Al}$  含有 III 族窒化物下地膜自体の結晶品質はさらに向上し、本発明のエピタキシャル基板上に形成する III 族窒化物膜の結晶品質をさらに向上させることができる。

【0032】上述した表面窒化処理は、前記サファイア単結晶基板をアンモニアなどの窒素含有雰囲気中に配置し、所定時間加熱することによって行なう。そして、窒素濃度や窒化温度、窒化時間を適宜に制御することによって、前記表面窒化層の厚さを制御する。好ましくは、前記表面窒化層を比較的薄く、例えば  $1\text{nm}$  以下に形成する、又は比較的厚く、例えば、前記サファイア単結晶基板の主面から  $1\text{nm}$  の深さにおける窒素含有量が 2 原子%以上となるように厚く形成する。

【0033】以上のような構成のエピタキシャル基板を使用するに際しては、上述したように、最上層に位置する  $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$  膜の酸化した表面層部分をエッチング除去する。このエッチング除去は、汎用のドライエッチング法及びウエットエッチング法のいずれをも用いることができる。

【0034】しかしながら、 $\text{Al}$  含有 III 族窒化物膜の一連の製造工程の中において、複雑な工程を必要とすることなく実施できることから、ドライエッチング法によ

って前記表面酸化層部分のエッチング除去を実施することが好ましい。

【0035】ドライエッチング法を用いた前記表面酸化層部分の除去は、所定のエッチングガスをチャンバ内に導入し、基板を900℃以上に加熱することにより、加熱された前記エッチングガスを前記表面酸化層部分に供給することによって実施する。

【0036】エッチングガスとしては、前記III族窒化物膜の製造工程において、キャリアガスとして用いられる水素ガスや、窒素供給原料として用いられるアンモニアガスを用いることが好ましい。これによって、他の塩素系ガスなどの腐食ガスなどを前記III族窒化物膜の製造工程において導入する必要がなくなり、前記III族窒化物膜の腐食などに伴う特性の劣化を防止することができる。

【0037】また、本発明にしたがってエピタキシャル基板の最上層に $\text{In}_a\text{Ga}_b\text{N}$ 膜( $a+b=1$ )を設けることにより、この膜の表面には水素ガスやアンモニアガスなどによって容易にエッチング除去することのできる酸化層が形成され、これによって、前記Al含有II族窒化物下地膜が保護される。

【0038】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。本実施例では、最終的に得られたGaN膜表面に存在する1 $\mu\text{m}$ 以上の点状の異常成長部分を数えることから欠陥密度を算出し、結晶品質を評価した。

(実施例1) 基材としてサファイア・SiC基材を用い、これを石英製の反応管内に設置されたサセプタ上に載置した後、吸引固定した。次いで、前記サセプタ内のヒータにより、前記基材を1200℃まで加熱した。

【0039】次いで、Al供給原料としてトリメチルアルミニウム(TMA)を用い、窒素供給原料としてアンモニアガス( $\text{NH}_3$ )を用い、これら原料ガスを水素キャリアガスとともに、 $\text{NH}_3/\text{TMA}$ モル比=500の流量で、前記反応管内に導入するとともに、前記基材上に供給してAlN下地膜を厚さ1 $\mu\text{m}$ に形成した。なお、 $\text{NH}_3$ 及びTMAの流量は、前記モル比を満足するように成膜速度に応じて適宜に選択する。

【0040】次いで、前記基材を1050℃にするとともに、Ga供給原料としてトリメチルガリウム(TMg)を用い、窒素供給原料として同じくアンモニアガスを用い、これらを水素キャリアガスとともに、 $\text{NH}_3/\text{TMg}$ モル比=5000の流量で前記反応管内に導入し、前記AlN下地膜上に供給してGaN膜を厚さ100Åに形成し、エピタキシャル基板を得た。

【0041】その後、このようにして作製したエピタキシャル基板を反応管内に設置されたサセプタ上に配置し、アンモニアガスを1000sccmの流量で導入して前記基材上に供給するとともに、前記基板を900℃に加熱して、この表面層部分を10分間エッチング除去

した。

【0042】その後、前記サセプタ内のヒータにより前記エピタキシャル基板を1050℃に加熱した。次いで、Ga供給原料としてトリメチルガリウム(TMg)を用い、窒素供給原料としてアンモニアガス( $\text{NH}_3$ )を用い、これら原料ガスを水素及び窒素キャリアガスとともに、 $\text{NH}_3/\text{TMg}$ モル比=5000の流量で、前記反応管内に導入するとともに、前記エピタキシャル基板上に供給して、GaN膜を厚さ1 $\mu\text{m}$ に形成した。

【0043】得られたGaN膜表面の欠陥密度を調べたところ、0.1個/ $\text{mm}^2$ であることが確認された。

【0044】(実施例2) 基材としてサファイア・SiC基材に代えて、C面サファイア単結晶を用い、これを石英製の反応管内に設置されたサセプタ上に載置した後、吸引固定し、1200℃まで加熱した。

【0045】そして、アンモニアガス( $\text{NH}_3$ )を水素キャリアガスとともに5分間流し、前記基材の主面を窒化させた。なお、ESCAによる分析の結果、この表面窒化処理によって、前記主面には窒化層が形成されており、前記主面から深さ1nmにおける窒素含有量が7原子%であることが判明した。

【0046】次いで、実施例1と同様にしてAlN下地膜を厚さ1 $\mu\text{m}$ に形成するとともに、このAlN下地膜上に実施例1と同様にしてGaN膜を厚さ100Åに形成し、エピタキシャル基板を作製した。その後、実施例1と同様にして前記GaN膜にエッチング処理を施し、その表面層部分をエッチング除去した。そして、エッチング除去により厚さが減じられた前記GaN膜を有するエピタキシャル基板上に、実施例1と同じ条件でGaN膜を厚さ1 $\mu\text{m}$ に再度形成した。

【0047】得られたGaN膜表面の欠陥密度を調べたところ、0.01個/ $\text{mm}^2$ 以下であることが確認された。

【0048】なお、本実施例では、III族窒化物膜としてGaN膜を作製したが、III族有機金属供給量、アンモニア供給量、成膜速度、キャリアガス流量、及び成膜圧力を適宜に制御することにより、所望のAlGaInN膜を得ることができる。

【0049】(比較例) 上記実施例において、GaN膜を形成せずにエピタキシャル基板を作製し、このエピタキシャル基板上に上記実施例と同じ条件で、GaN膜を作製した。得られたGaN膜表面の欠陥密度を調べたところ、100個/ $\text{mm}^2$ の欠陥密度を有することが確認され、上記実施例と比較して結晶品質が劣化していることが判明した。すなわち、本発明のエピタキシャル基板及びエピタキシャル基板の使用方法に従うことにより、良好な結晶品質を有するAlN膜の得られることが分かる。

【0050】以上、具体例を挙げながら、本発明を発明の実施の形態に基づいて詳細に説明したが、本発明は上

記発明の実施に形態に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない範囲であらゆる変更や変形が可能である。例えば、Ga N膜とエピタキシャル基板との間にバッファ層やひずみ超格子などの多層積層膜を挿入したり、成長条件を多段階としたりして、前記Ga N膜の結晶品質を向上させることもできる。

【0051】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のエピタキシャル基板及びエピタキシャル基板の使用方法によれば、エピタキシャル基板上に形成されたIII族窒化物膜は、前記エピタキシャル基板表面の酸化層の影響を受けないため、良好な結晶品質を有することができる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 田中 光浩  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日  
本碍子株式会社内

Fターム(参考) 4G077 AA03 BE15 DB08 ED06 EF03  
FG01 HA02 HA06 HA12  
5F041 AA40 CA34 CA40 CA46 CA65  
5F045 AA04 AB09 AB14 AB17 AB18  
AC08 AC12 AD14 AD16 AF02  
AF04 AF09 BB12 DA53 HA01  
HA13



US 20020058162A1

(19) **United States**(12) **Patent Application Publication**  
**Shibata et al.**(10) **Pub. No.: US 2002/0058162 A1**(43) **Pub. Date: May 16, 2002**(54) **III NITRIDE EPITAXIAL WAFER AND  
USAGE OF THE SAME**(30) **Foreign Application Priority Data**

Oct. 13, 2000 (JP) ..... 2000-313,070

Sep. 4, 2001 (JP) ..... 2001-266,804

(75) **Inventors: Tomohiko Shibata, Kasugai City (JP);  
Yukinori Nakamura, Nagoya City  
(JP); Mitsuhiro Tanaka, Handa City  
(JP)****Publication Classification**(51) **Int. Cl.<sup>7</sup> ..... B32B 9/00**(52) **U.S. Cl. .... 428/698; 428/498; 428/642;  
428/689****Correspondence Address:****BURR & BROWN****PO BOX 7068****SYRACUSE, NY 13261-7068 (US)**(57) **ABSTRACT**(73) **Assignee: NGK Insulators, Ltd., Nagoya (JP)**(21) **Appl. No.: 09/962,932**(22) **Filed: Sep. 25, 2001**

An epitaxial wafer has a base material made of sapphire-SiC single crystal or the like, a III nitride underfilm including at least Al element epitaxially grown on the base material and a GaN film, preferably having a thickness of 50 Å or over, formed on the underfilm. In a fabricating a III nitride films on the epitaxial wafer, the oxidized surface layer of the GaN film is removed through etching process, and subsequently, the III nitride film is formed.